

A2

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-229812

(43)Date of publication of application : 07.09.1993

(51)Int.Cl. C01B 33/02  
C23C 14/34  
H01L 21/203  
H01L 21/68

(21)Application number : 04- 313703 (71)Applicant : TOSHIBA CORP

(22)Date of filing : 24.11.1992 (72)Inventor : SATO MICHIO  
KOMATSU TORU  
YAMANOBE  
TAKASHI  
KUDO ISAO  
FUKAZAWA MIHARU

(30)Priority

Priority number :	03310977	Priority date :	26.11.1991	Priority country :	JP
-------------------	----------	-----------------	------------	--------------------	----

(54) SILICON SINTERED PRODUCT AND BOARD FORMED FROM THE SAME AND USED FOR HOLDING WAFER, SPATTERING TARGET AND SILICON WAFER

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide a silicon sintered product having a high density, a high strength and excellent processability, and to provide a board for holding wafers and a sputtering target, which can be produced from the sintered product at low costs in high raw material yields.

CONSTITUTION: The silicon sintered product of this invention is characterized by being a silicon sintered product which is formed by compression-molding silicon powder heated within a temperature range of from 1200° C to the melting point of the silicon under vacuum and subsequently sintering the molded product, and in which the crystal particle diameter of the sintered product is  $\leq 100 \mu\text{m}$ . Boards for holding wafers, sputtering targets and silicon wafers are formed from the silicon

sintered product.

\* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

---

## CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1]A silicon sintered compact which is a silicon sintered compact which carried out compression molding of the silicon powder heated and deoxidized in a temperature requirement of less than the melting point of not less than 1200 \*\* silicon, calcinated it, and formed it under decompression, and is characterized by setting a crystal grain diameter of a sintered compact as 100 micrometers or less.

[Claim 2]It is the silicon sintered compact which carried out compression molding of the raw material silicon powder from which it heated under decompression of silicon powder prepared by a CVD process in a temperature requirement of less than the melting point of not less than 1200 \*\* silicon, and oxygen and an impurity were removed, and calcinated it, A silicon sintered compact, wherein density is not less than 99% and an oxygen content is 300 ppm or less.

[Claim 3]A board for wafer maintenance forming from the silicon sintered compact according to claim 1 or 2.

[Claim 4]Fe contained in a silicon sintered compact, nickel, Cr, Co, Mn, aluminum, Cu, Na, K, U, the board for wafer maintenance according to claim 3 setting a total content of Th as 10 ppm or less.

[Claim 5]A sputtering target forming from the silicon sintered compact according to claim 1 or 2.

[Claim 6]A silicon wafer forming from the silicon sintered compact according to claim 2.

[Claim 7]The silicon wafer according to claim 6 which content of each element of Fe contained in a silicon sintered compact, nickel, Cr, Co, Mn, aluminum, Cu, Zn, Mg, Ca, Na, and K is 0.5 ppm or less, and is characterized by content of each element of U and Th setting it as 0.0005 ppm or less.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and INPIT are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.\*\*\* shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Industrial Application]The board for wafer maintenance in which this invention was formed using a silicon sintered compact and this sintered compact, A sputtering target and a silicon wafer are started, especially it is high-density, intensity is high, and it is related with the board for wafer maintenance which can be inexpensive manufactured by the high raw material yield, a sputtering target, and a silicon wafer using the silicon sintered compact excellent in processability, and this sintered compact.

[0002]

[Description of the Prior Art]In the semiconductor manufacturing process, the silicon wafer which cut cylindrical single crystal silicon thinly, carried out polishing processing of the surface highly, and gave mirror finish is used widely, micro processing, like various circuits can be printed on this silicon wafer surface is performed, and IC (integrated circuit) is formed. Generally the single crystal silicon of the above-mentioned cylindrical shape is manufactured by a natural state by what is called a crystal pulling method dissolve the silicon solid which is polycrystal, insert the small single crystal used as a seed into it, and make it grow up to be a big single crystal body. although the diameter of single crystal silicon is also further attained [ the increase ] from 6 inches to 8 inches, in order that advanced crystallization technology may be required by progress of single crystal-ized technology in recent years, the difficulty that intensity is low is in the top where a manufacturing cost is still high.

[0003]In the semiconductor manufacturing process, the board for wafer maintenance of various kinds of forms of holding two or more

semiconductor wafers (silicon wafer), and holding two or more wafers as a fixture for heat-treating oxidation, diffusion, etc. simultaneously to all the wafers is used.

[0004]Drawing 1 is a perspective view showing the example of composition of the board for wafer maintenance of a horizontal type. This board 1 for wafer maintenance welds two or more support rods 3 for standing straight and laying the wafer 2 in response to the periphery edge of the disc-like semiconductor wafer 2, on one pair of fulcrums 4 and 4 by which the placed opposite was carried out, and is constituted. Many retention groove 5 in which the periphery edge of the semiconductor wafer 2 is made to insert is engraved on each support rod 3.

[0005]Drawing 2 is a perspective view showing the example of composition of the board 1a for wafer maintenance of a vertical mold for accommodating and holding two or more semiconductor wafers 2 in a vertical mold CVD system. This board 1a for wafer maintenance forms one pair of cover elements 6a and 6b which carried out comparatively the two cylinder-like-object-with-base objects 6, and formed them, enabling free attachment and detachment, allocates the wafer support material 7 in the inner surface shaft orientations of each cover elements 6a and 6b, and is formed in them. Many projections 8 for holding the outer periphery part of each wafer 2 in a horizontal position are allocated by each wafer support material 7. The slit shape reactant gas introducing hole 9 is drilled in the lengthwise direction of each cover elements 6a and 6b, and the cylinder-like-object-with-base object 6 is fixed on the support 10.

[0006]The wafer 2 of a large number used as a processing object is supported by the wafer support material 7, and after being covered with the cylinder-like-object-with-base object 6, the board 1a for wafer maintenance is carried in in the furnace of a CVD system. inflow appearance of the reactant gas introduced in the furnace is carried out from the reactant gas introducing hole 9, and a CVD film is generated by each wafer 2.

[0007]That in which various fixtures, such as the conventionally above boards for wafer maintenance, were generally formed with silica glass was used. However, when heat treatment temperature became a not less than 1100 \*\* elevated temperature, or when heat treating time became long, it was difficult for silica glass to become soft with heat, and to produce and use a shape change for the whole board repeatedly.

[0008]As this measure, the board made from heat-resistant SiC and the



board made from Si which were more excellent in high temperature strength are also used. However, since the purity of a SiC raw material is low as compared with quartz, a wafer is easy to be polluted with the impurity which vaporizes at the time of heat treatment in the case of the board made from heat-resistant SiC. Therefore, it becomes indispensable to form the SiC film of a high grade in the outside surface of the board body formed by SiC of low purity by CVD further, and there is a problem that a manufacturing cost soars. Since processability of SiC is bad as compared with quartz, while it is difficult to manufacture the board for wafer maintenance which has complicated shape, there is a fault that the repair reproduction at the time of damaging is difficult, and expensive compared with the board made from quartz.

[0009] Generally the single crystal silicon formed as raw material of the board made from heat-resistant Si on the other hand by the polycrystal polysilicon (Poly-Si) block formed according to vapor growth (CVD process) or a dissolution polycrystal casting process or the crystal pulling method is used.

[0010]

[Problem to be solved by the invention] However, a polysilicon block and single crystal silicon, Preparing the material which each shaped material is cylindrical, cuts down a rectangular material from this cylindrical raw material, grinds, and constitutes the board for wafer maintenance, and a silicon wafer, The outer periphery part of a raw material will be discarded vainly, and has a fault which the yield of product materials to an expensive raw material becomes low, and becomes very uneconomical.

[0011] In addition, polysilicon and single crystal silicon, There is a problem of processability being bad as compared with quartz, and manufacture of the product which has complicated form being difficult, and a mechanical strength being low, being easy to produce a crack and chipping, and being easy to break since all have the remarkable anisotropy by crystal orientation, and a final processing yield also has a low fault.

[0012] By the way, there is a target of a sputtering system as an example of component parts of a semiconductor manufacturing device made from above polysilicon blocks and single crystal silicon. Sputtering process is a method for film deposition which accelerates inert gas ion, such as Ar generated by discharge, by electric field, makes it collide with a target, and makes the target composition atom emitted by this deposit on a substrate. In order to form the semiconductor surface protective film made from  $\text{SiO}_2$  or  $\text{Si}_3\text{N}_4$  as a typical example of use, There are the

direct-current (DC) two pole sputtering system and high frequency (RF) sputtering system which made  $O_2$  and  $N_2$  act on the sputtering target made from Si as reactive gas.

[0013]In recent years, in order to raise film formation efficiency more, the rectangle and the disc-like large-sized Si target in which the target which has a still bigger size than general-purpose Si sputtering target, for example, a vertical size, amounts to 125–150 mm, and form width amounts to 300–400 mm are also demanded conventionally.

[0014]However, since the manufacture limit size of the raw material of single crystal silicon or a polysilicon block is still small, in order to obtain large-sized Si sputtering target. There is the problem as the case where the further above-mentioned board for wafer maintenance is manufactured that complicated processing operation of joining mutually and processing conventionally two or more small sections cut down from raw material is required, and it is the same. In addition, when it evaluates including problems, such as unevenness etc. of the sputtering speed in the fall of the product yield by generating of applying in the middle of the time which logging of a section takes, and processing operation, and a junction, it is the actual condition that the room for a yet [ in cost ] improvement is qualitatively large.

[0015]This invention is made in order to solve the above-mentioned problem, and it is a thing.

\*\* of the purpose is high and it is providing the board for wafer maintenance which can be inexpensive manufactured by the high raw material yield, a sputtering target, and a silicon wafer using the silicon sintered compact excellent in processability, and this sintered compact.

[0016]

[Means for Solving the Problem and its Function]An invention-in-this-application person repeated research wholeheartedly in order to attain the above-mentioned purpose. In order for silicon (Si) to have covalent bond nature, to use it as a difficulty sintered material originally and to sinter silicon powder with high density independently, For example, in order to require pressing operation of ultra-high pressure of tens of thousands of atmospheres, forming said board for wafer maintenance, a sputtering target, and a silicon wafer using a silicon sintered compact generally was not taken into consideration. Therefore, above polysilicon and single crystal silicon were used as a solid Si material.

[0017]However, after an invention-in-this-application person heat-treated a silicon powdered ingredient with prescribed temperature in a



vacuum as a result of repeating an experimental study further, and he removed oxygen and an impurity, he acquired knowledge that outstanding Si sintered compact which was excellent in processability with high intensity was obtained, by carrying out shaping calcination. Knowledge that a silicon sintered compact with them which has few oxygen contents was obtained was also acquired by using high grade silicon powder adjusted with vapor growth (CVD process) as the above-mentioned silicon powdered ingredient, heating this silicon powder similarly, deoxidizing it, and carrying out shaping calcination especially, after an appropriate time. [ high-density ] This invention is completed based on the above-mentioned knowledge.

[0018]That is, a silicon sintered compact concerning this invention is a silicon sintered compact which carried out compression molding of the silicon powder heated in a temperature requirement of less than the melting point of not less than 1200 °C silicon, calcinated it, and formed it under decompression, and set a crystal grain diameter of a sintered compact as 100 micrometers or less.

[0019]It is the silicon sintered compact which carried out compression molding of the raw material silicon powder from which it heated under decompression of silicon powder prepared by a CVD process in a temperature requirement of less than the melting point of not less than 1200 °C silicon, and oxygen and an impurity were removed, and calcinated it, and density is not less than 99%, and an oxygen content may set it as 300 ppm or less.

[0020]A board for wafer maintenance, a sputtering target, and a silicon wafer concerning this invention are formed from the above-mentioned silicon sintered compact.

[0021]The silicon powder used can grind and prepare remaining scrap wood and end materials which cut down a necessary material with the usual ball mill, a vibration mill, a jet mill, etc. from big and rough polysilicon and single crystal silicon.

[0022]Classify granular Si powder formed especially based on a CVD process of a thermal decomposition reaction ( $\text{SiH}_4 \rightarrow \text{Si} + 2\text{H}_2$ ) of Silang ( $\text{SiH}_4$ ), and detailed Si powder with a particle diameter of 30

micrometers or less is obtained, By carrying out shaping calcination of this detailed Si powder, a board, a sputtering target, and a silicon wafer of arbitrary sizes can be prepared. By particle diameter being 30 micrometers or less, a crystal grain diameter of a sintered compact obtained can be made small, improvement in density can be aimed at,

problems, such as improvement in a mechanical strength and chipping at the time of processing, cannot be caused further, but improvement in processability can be aimed at.

[0023]By the way, the above-mentioned detailed Si powder is produced so much as a by-product, when producing a seed crystal grain with a particle diameter of 2–3 mm used in a crystal pulling method by a CVD process. When [ which are inexpensive and manufactures the above-mentioned wafer maintenance board, a target, and a silicon wafer using detailed Si powder of a high grade ] this CVD process sub\*\* (ed), a capacity factor of Si-material powder can be raised substantially.

Impurities, such as oxygen, are also reduced by high density and a silicon wafer which obtained especially the above-mentioned Si powder by carrying out shaping calcination after heating deoxidation has the characteristic according to a wafer with an almost regular product made from single crystal silicon. Therefore, when it cannot be used as a regular semiconductor circuit board, it is suitable as a dummy wafer used at the time of manufacture of a circuit board for evaluation.

[0024]Heating operation is good under decompression conditions near a vacuum to carry out from 1200 \*\* in a temperature requirement of less than the melting point of silicon for 1 to 5 hours. When cooking temperature is less than 1200 \*\*, it becomes difficult to carry out vaporization of oxygen and an impurity element which exist in the silicon powdered ingredient surface, and to reduce them. As a result, oxygen which remains at the time of sintering will work as barrier, sintering will be checked, and, as a result, density of a sintered compact will fall. On the other hand, a maximum of cooking temperature is restricted by the melting point (1420 \*\*) of silicon.

[0025]In order to promote vaporization of an impurity or oxygen, the as much as possible lower one is advantageous, but a degree of vacuum of atmosphere at the time of heat-treatment is enough if it is practically set as the range of  $10^{-4} - 10^{-5}$  Torr. The amount of oxygen which various impurities to which the sintered compact characteristic is reduced are removed, and checks a degree of sintering by the above-mentioned heat-treatment will be set to 300 ppm or less, and density of a sintered compact will be not less than 99%.

[0026]A crystal grain diameter of a sintered compact is equivalent to particle diameter of silicon powder, and has big influence on the processability of a formed sintered compact. A crystal grain diameter of a silicon sintered compact of the invention in this application is set as 100 micrometers or less. It is because the anisotropy of crystal

orientation will become remarkable and the processability of a sintered compact will fall, when a crystal grain diameter exceeds 100 micrometers. When forming a silicon wafer especially with the above-mentioned silicon sintered compact, a crystal grain diameter is good to set it as 30 micrometers or less.

[0027]Furthermore, 1200–1400 \*\* and about 1 to 5 hours may be sufficient as welding pressure at the time of compression molding, respectively like [ 150–500 kg / cm<sup>2</sup>, and temperature time at the time of calcination ] a heating operating condition. A more nearly quality silicon sintered compact can be efficiently manufactured by carrying out continuously, without using the usual hot press device for the above-mentioned heating operation, compression-molding operation, and calcination operation, and taking out raw material silicon powder out of a device system.

[0028]After a board for wafer maintenance concerning this invention forms each of that component in form (Near Net Shape) near final shape and carries out machining with the above-mentioned silicon sintered compact, it assembles those components, and is welded and formed mutually.

[0029]Especially, as a component of a board for wafer maintenance, in using the above-mentioned silicon sintered compact, In order that impurities, such as Fe which vaporizes from a silicon sintered compact at the time of heat-treatment, nickel, Cr, Co, Mn, aluminum, Cu, Na, K, U, and Th, may prevent adhering to a wafer and polluting (contamination), A total content of the above-mentioned impurity contained in a silicon sintered compact is desirably good to set [ of 10 ppm or less ] it as 5 ppm or less.

[0030]As a component of a silicon wafer, in using the above-mentioned silicon sintered compact, In order to avoid influence which it has on an integrated circuit, content of each element of Fe contained in a silicon sintered compact, nickel, Cr, Co, Mn, aluminum, Cu, Zn, Mg, Ca, Na, and K is preferably good to set [ of 0.5 ppm or less / of 0.1 ppm or less ] it as 0.05 ppm or less still more preferably. In order to prevent what is called a soft error phenomenon that produces malfunction in an integrated circuit with radiation from uranium (U) and thorium (Th), content of each element of U and Th which are contained in a silicon sintered compact is good to set it as 0.0005 ppm or less.

[0031]By forming from the above-mentioned silicon sintered compact, Si sputtering target and a silicon wafer which are furthermore applied to this invention need neither logging processing like before, nor cut



processing, junction processing, etc., but can manufacture a direct large-sized target and a silicon wafer. Since each crystal grain of a silicon sintered compact which constitutes a target or a silicon wafer is small and its crystal orientation is random, it is rare for azimuthal anisotropy like before to be revealed. Therefore, there is also almost no generating of a crack or chipping at the time of machining, and a yield in a work process is also substantially improvable.

[0032]As silicon powder used in this invention, What ground Si end material by which it is generated on inferior goods and a wafer manufacture way of a Si wafer for LSI, And when manufacturing a seed crystal grain used at the time of single-crystal-silicon raising by a CVD process, it is possible to reuse Si powder of a high grade sub\*\* (ed) so much, a material yield of a silicon raw material can be raised substantially, and it leads also to effective use of resources.

[0033]

[Working example]Next, one embodiment of this invention is described more concretely.

[0034]An end material of a high grade polysilicon block which cut down a Si wafer for embodiment 1 LSI formation, It loaded with high grade Si into a pot mill which lined, a mill was rotated, a collision of the end materials of a polysilicon block or a collision with an end material and Si which lined ground an end material, and mean particle diameter prepared high grade silicon powder which is 5 micrometers.

[0035]Next, while filling up the die of the hot press device which has the black lead production type type which applied mold lubricant with the silicon powder which prepared [ above-mentioned ], After carrying out heat-treatment at the temperature of 1320 \*\* for 4 hours after

adjusting the degree of vacuum of atmosphere to  $10^{-4}$  Torr, and carrying out vaporization of adhesion oxygen and the impurity, While making the welding pressure of  $250 \text{ kg} / \text{cm}^2$  act, silicon powder was calcinated at the temperature of 1320 \*\* for 4 hours, and many silicon sintered compacts of Embodiment 1 were formed.

[0036]The silicon powder ground and prepared in Embodiment 1 was used as comparative example 1 one side and the comparative example 1, except for the point of not heat-treating, while carrying out compression molding of the silicon powder on the same conditions as Embodiment 1, it calcinated, and many silicon sintered compacts of Embodiment 1 and an identical size were prepared.

[0037]The silicon powder ground and prepared in Embodiment 1 was

used as the comparative example 2 one side comparative example 2, while heat-treating and carrying out compression molding of the silicon powder on the same conditions as Embodiment 1 except for the point which enclosed the Ar gas of normal pressure in the hot press device, it calcinated, and many silicon sintered compacts of Embodiment 1 and an identical size were prepared.

[0038]In this way, while measuring the relative density of each silicon sintered compact of Embodiment 1 and the comparative examples 1-2 which were acquired, the ultimate analysis examination was done, the total content of Fe contained as an impurity, nickel, Cr, Co, Mn, aluminum, Cu, Na, K, U, and Th was measured, and the result shown in the following table 1 was obtained.

[0039]

[Table 1]

試料	相対密度 (%)	不純物の総含有量 (ppm)
実施例 1	75	7.6
比較例 1	62	22.0
比較例 2	60	25.0

[0040]According to the silicon sintered compact of Embodiment 1, it becomes clear that a degree of sintering is excellent, relative density also becomes high, and a sintered compact of high intensity is obtained by heat-treatment since oxygen and an impurity are reduced effectively so that clearly from a result shown in Table 1. On the other hand, when not heat-treating (comparative example 1), and when not decompressing atmosphere (comparative example 2), since vaporization of oxygen or an impurity is not enough, only a sintered compact of low strength is obtained by each.

[0041]Each component parts of the board 1 for wafer maintenance shown in drawing 1 as embodiment 2 Embodiment 2, Many boards 1 for wafer maintenance as eventually shown in drawing 1 were manufactured by preparing as a near [final shape]-shaped silicon sintered compact using a process shown in Embodiment 1, and assembling, after forming retention-groove 5 grade further for wafer maintenance by cutting or a grinding process.

[0042]After cutting down each component parts from cylindrical single crystal silicon as comparative example 3 one side and the comparative



example 3 and performing grinding polishing work, each component parts were assembled and many boards for wafer maintenance which have Embodiment 2 and an identical size eventually were manufactured.

[0043]As comparative example 4 one side and the comparative example 4, from the polysilicon formed in block like shape, each component parts were cut down like the comparative example 3, and many boards for wafer maintenance of Embodiment 2 and an identical size were manufactured with vapor growth.

[0044]In this way, chipping in a cutting grinding process process, damage to a corner part, and the occurrences of a chip are totaled about each manufactured board for wafer maintenance of Embodiment 2 and the comparative examples 3-4, While computing the rate of the number of boards which does not have a defect eventually as a product yield, the rate of product weight over the total raw material Si weight supplied to the manufacturing process was computed as a material yield.

[0045]About Embodiment 2, heat-treatment from preparation of silicon powder, compression molding, While totaling the working man hour taken to complete an assembly as a board for wafer maintenance through calcination operation, about the comparative examples 3-4. Each component member was started from single crystal silicon and polysilicon, respectively, the working man hour taken to complete an assembly as a board for wafer maintenance eventually was totaled, and the production man hour of the board was compared. The relative value showed the production man hour by making the case of Embodiment 2 into a standard (100).

[0046]The above measurement evaluation result is shown in the following table 2.

[0047]

[Table 2]

試 料	製品歩留り [%]	材料歩留り [%]	製造工数 [—]
実施例 2	9 8	9 9	1 0 0
比較例 3	8 0	7 0	3 5 0
比較例 4	7 5	6 8	3 8 0

[0048]According to the Embodiment 2, since there is little anisotropy of crystal orientation, processability is extremely excellent in the silicon sintered compact, and even if it carries out a cutting grinding process,

there are few chipping, chips of a corner, etc. and they can form a quality board by the high yield, so that clearly from the result shown in Table 2. Since especially scrap wood is powdered and it is considered as the sintered compact raw material, the material yield is very highly economical.

[0049]On the other hand, in the comparative examples 3-4, the logging work from a raw material raw material took the great working man hour, and since it was generated so much by the end material after logging, the manufacturing cost became high.

[0050]To Embodiment 3 and the 5th comparative example, on the same conditions as Embodiment 2 and the comparative example 3 150 mm long. The large-sized Si sputtering target of Embodiment 3 and the comparative example 5 which has 400 mm wide and a 5-mm-thick size is manufactured, When the production man hour and material yield in each case were compared, while the production man hour of Si sputtering target of Embodiment 2 was reduced by about [ of the comparative example 3 ]  $1/3$ , the material yield has improved about 30% and it was proved that the manufacturing cost of a target could be reduced substantially.

[0051]Since Si sputtering target of the high grade started and formed from single crystal silicon has the small electric resistance value, If it is not used with a high frequency (RF) sputtering system, sputtering is made difficult, in addition the installation cost of the high-frequency sputtering system itself is a large sum, and there is a fault that a sputtering rate is also late.

[0052]However, in the sputtering target formed by a sintering process like this example, it is also easy to make P, B, etc. dope and to raise resistance into a sintered compact. Therefore, sputtering becomes possible easily also with direct current voltage, and an installation cost is cheap compared with a high frequency (RF) sputtering system, it also enables it for a sputtering rate to be markedly alike and to apply the sputtering target made from a silicon sintered compact of this example to a high direct-current (DC) two pole sputtering system and direct-current magnetron sputtering system. As a result, it becomes possible to raise the productivity of the semi conductor product which makes membrane formation operation a subject by leaps and bounds.

[0053]After manufacturing Si powder with a CVD method by making embodiment 4  $4\text{SiH}_4$  into material gas, it classified and silicon powder of

30 micrometers or less was obtained. Next, while filling up the die of the hot press device which has the black lead production type type which

applied mold lubricant with the silicon powder which prepared [ above-mentioned ], After carrying out heat-treatment at the temperature of 1320 \*\* for 4 hours, while making the welding pressure of 250 kg / cm<sup>2</sup> act after adjusting the degree of vacuum of atmosphere to 10<sup>-4</sup> Torr, silicon powder was calcinated at the temperature of 1320 \*\* for 4 hours, and many silicon sintered compacts of Embodiment 4 were formed.

[0054]In Embodiment 4, the silicon powder prepared with the CVD method was used as comparative example 6 one side and the comparative example 6, except for the point of not heat-treating, while carrying out compression molding of the silicon powder on the same conditions as Embodiment 4, it calcinated, and many silicon sintered compacts of Embodiment 4 and an identical size were prepared.

[0055]The silicon powder prepared with the CVD method in Embodiment 4 is used as the comparative example 7 one side comparative example 7, It calcinated, while heat-treating and carrying out compression molding of the silicon powder on the same conditions as Embodiment 4 except for the point which enclosed the Ar gas of normal pressure in the hot press device, and many silicon sintered compacts of Embodiment 4 and an identical size were prepared.

[0056]In this way, while measuring the relative density of each silicon sintered compact of Embodiment 4 and the comparative examples 6-7 which were acquired, the ultimate analysis examination was done, the total content of Fe contained as an impurity, nickel, Cr, Co, Mn, aluminum, Cu, Na, K, U, and Th was measured, and the result shown in the following table 1 was obtained.

[0057]

[Table 3]

試 料	相 対 密 度 (%)	不純物の総含有量 (p p m)
実施例 4	99.5	3.2
比較例 6	72	18
比較例 7	70	20

[0058]According to the silicon sintered compact of Embodiment 4, it becomes clear that the degree of sintering is excellent, relative density also becomes high, and the sintered compact of high intensity is obtained by heat-treatment since oxygen and an impurity are reduced

effectively so that clearly from the result shown in Table 3. On the other hand, when not heat-treating (comparative example 6), and when not decompressing atmosphere (comparative example 7), since the vaporization of oxygen or an impurity is not enough, only the sintered compact of low strength is obtained by each.

[0059]Cutting or after carrying out a grinding process, polishing processing of the silicon sintered compact obtained by preparing as a cylindrical silicon sintered compact as embodiment 5 Embodiment 5 using the process shown in Embodiment 4 was carried out further, and many silicon wafers for 8 inches were manufactured.

[0060]Each component parts were cut down from cylindrical single crystal silicon as comparative example 8 one side and the comparative example 8, and many silicon wafers which perform grinding polishing work and have Embodiment 5 and an identical size eventually were manufactured.

[0061]As comparative example 9 one side and the comparative example 9, from the polysilicon formed in block like shape, each component parts were cut down like the comparative example 8, and many silicon wafers of Embodiment 5 and an identical size were manufactured with vapor growth.

[0062]In this way, chipping in a cutting grinding process process, damage to a corner part, and the occurrences of a chip are totaled about each manufactured silicon wafer of Embodiment 5 and the comparative examples 8–9, While computing the rate of the wafer which does not have a defect eventually as a product yield, the rate of product weight over the total raw material Si weight supplied to the manufacturing process was computed as a material yield.

[0063]While totaling the working man hour taken to complete a silicon wafer through heat-treatment, compression molding, and calcination operation about Embodiment 5 from preparation of silicon powder, about the comparative examples 8–9. Each component member was started from single crystal silicon and polysilicon, respectively, the working man hour taken to complete an assembly as a silicon wafer eventually was totaled, and the production man hour of the wafer was compared. The relative value showed the production man hour by making the case of Embodiment 5 into a standard (100).

[0064]The above measurement evaluation result is shown in the following table 4.

[0065]

[Table 4]



試 料	製品歩留り [%]	材料歩留り [%]	製造工数 [—]
実施例 5	9 5	9 6	1 0 0
比較例 8	7 8	6 8	3 3 0
比較例 9	7 3	6 5	3 7 0

[0066]According to the Embodiment 5, since there is little anisotropy of crystal orientation, processability is extremely excellent in the silicon sintered compact, and even if it carries out cutting grinding and polishing work, there are few chipping, chips of a corner, etc. and they can form a quality silicon wafer by the high yield, so that clearly from the result shown in Table 4. Since especially scrap wood is used as the sintered compact raw material as it is, the material yield is very highly economical.

[0067]On the other hand, in the comparative examples 8–9, the logging work from a raw material raw material takes a great working man hour, and since it is generated so much by the end material after logging, a manufacturing cost becomes high.

[0068]Although the example which applied the silicon sintered compact to the board for wafer maintenance, Si sputtering target, and the silicon wafer shows the above embodiment, It is also possible for the use object not to be limited to the above-mentioned embodiment, for example, to use it as a material of the container for calcination of various ceramic Plastic solids and a machine structural component.

[0069]

[Effect of the Invention]According to the silicon sintered compact applied to this invention above as explanation, since the oxygen which checks sintering by heat-treatment, and the impurity which causes contamination are reduced, the sintered compact of high intensity can be obtained. Small [ a crystal grain ], since crystal orientation is random, there are few manifestations of anisotropy and processability is extremely excellent.

[0070]Therefore, when the board for wafer maintenance, a sputtering target, and a silicon wafer are formed with this silicon sintered compact, neither a crack nor chipping can be produced at the time of machining, and a processing yield can be raised substantially. Since a silicon sintered compact can be formed in the form near the final shape of use products, the material yield can also improve it substantially.



---

[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-229812

(43)公開日 平成5年(1993)9月7日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 1 B 33/02	Z	7038-4G		
C 2 3 C 14/34		8414-4K		
H 0 1 L 21/203	S	8422-4M		
21/68	T	8418-4M		

審査請求 未請求 請求項の数7(全 8 頁)

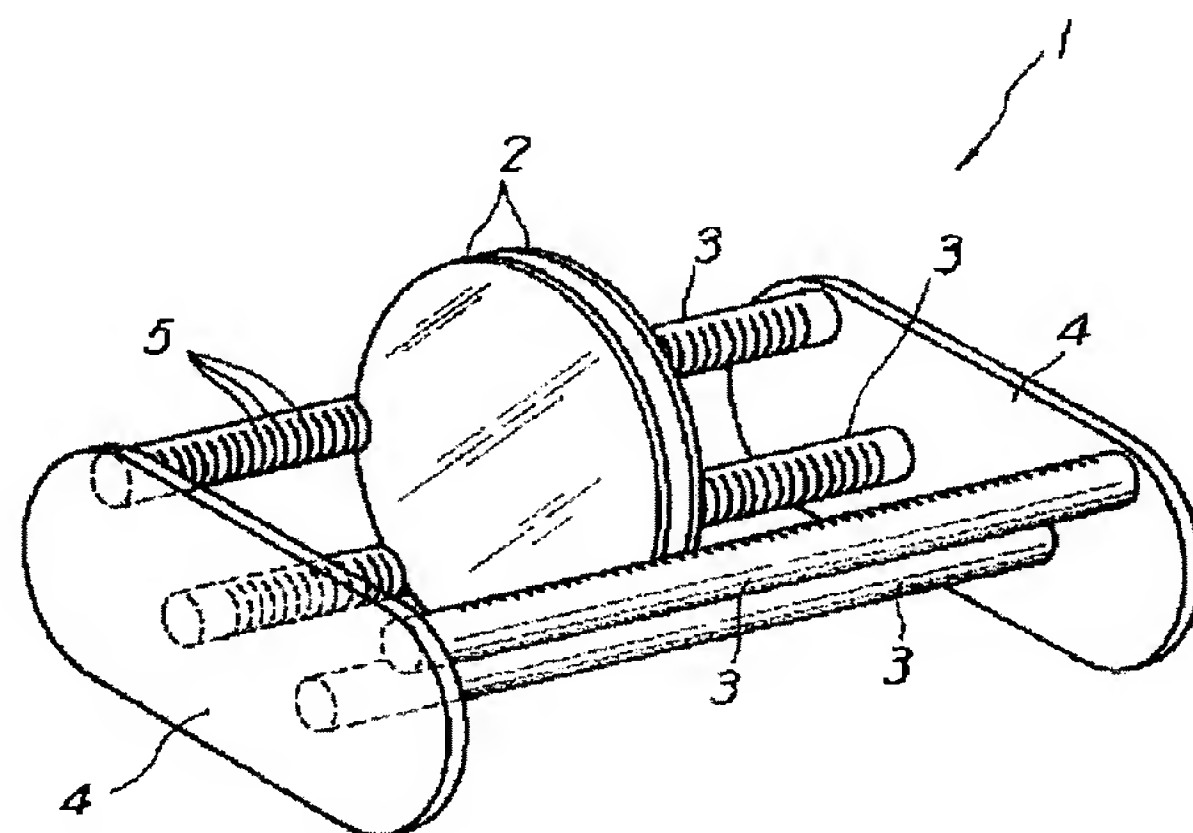
(21)出願番号	特願平4-313703	(71)出願人	000003078 株式会社東芝 神奈川県川崎市幸区堀川町72番地
(22)出願日	平成4年(1992)11月24日	(72)発明者	佐藤 道雄 神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株 式会社東芝横浜事業所内
(31)優先権主張番号	特願平3-310977	(72)発明者	小松 透 神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株 式会社東芝横浜事業所内
(32)優先日	平3(1991)11月26日	(72)発明者	山野辺 尚 神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株 式会社東芝横浜事業所内
(33)優先権主張国	日本(J P)	(74)代理人	弁理士 波多野 久 (外1名) 最終頁に続く

(54)【発明の名称】 硅素焼結体およびこれを用いて形成したウェハ保持用ボード、スパッタリングターゲットおよびシリコンウェハ

(57)【要約】

【目的】本発明の目的は、高密度で強度が高く、加工性が優れた硅素焼結体、およびこの焼結体を用い、高い原料歩留りで安価に製造することが可能なウェハ保持用ボード及びスパッタリングターゲットを提供することにある。

【構成】本発明に係る硅素焼結体は、減圧下で1200℃以上硅素の融点未満の温度範囲で加熱した硅素粉末を圧縮成形し焼成して形成した硅素焼結体であり、焼結体の結晶粒径を100μm以下に設定したことを特徴とする。ウェハ保持用ボード、スパッタリングターゲットおよびシリコンウェハは、それぞれ上記硅素焼結体から形成される。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 減圧下で1200℃以上硅素の融点未満の温度範囲で加熱して脱酸した硅素粉末を圧縮成形し焼成して形成した硅素焼結体であり、焼結体の結晶粒径を100μm以下に設定したことを特徴とする硅素焼結体。

【請求項2】 CVD製法によって調製した硅素粉末を減圧下で1200℃以上硅素の融点未満の温度範囲で加熱して酸素および不純物を除去した原料硅素粉末を圧縮成形し焼成した硅素焼結体であり、密度が99%以上であり、酸素含有量が300ppm以下であることを特徴とする硅素焼結体。

【請求項3】 請求項1または2記載の硅素焼結体から形成されたことを特徴とするウェハ保持用ボード。

【請求項4】 硅素焼結体に含有されるFe, Ni, Cr, Co, Mn, Al, Cu, Na, K, U, Thの総含有量を10ppm以下に設定したことを特徴とする請求項3記載のウェハ保持用ボード。

【請求項5】 請求項1または2記載の硅素焼結体から形成されたことを特徴とするスパッタリングターゲット。

【請求項6】 請求項2記載の硅素焼結体から形成されたことを特徴とするシリコンウェハ。

【請求項7】 硅素焼結体に含有されるFe, Ni, Cr, Co, Mn, Al, Cu, Zn, Mg, Ca, NaおよびKの各元素の含有量が0.5ppm以下であり、UおよびThの各元素の含有量が0.0005ppm以下に設定したことを特徴とする請求項6記載のシリコンウェハ。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は硅素焼結体およびこの焼結体を用いて形成されたウェハ保持用ボード、スパッタリングターゲットおよびシリコンウェハに係り、特に高密度で強度が高く、加工性が優れた硅素焼結体、およびこの焼結体を用い、高い原料歩留りで安価に製造することが可能なウェハ保持用ボード、スパッタリングターゲットおよびシリコンウェハに関する。

## 【0002】

【従来の技術】 半導体製造工程においては、円柱状の単結晶シリコンを薄く切断して表面を高度にポリッシング加工して鏡面仕上げを施したシリコンウェハが広く使用されており、このシリコンウェハ表面に各種回路を焼き付けるなどの微細加工を施してIC（集積回路）が形成されている。上記円柱状の単結晶シリコンは自然状態では多結晶になっているシリコン固体を溶解し、その中に種となる小さな単結晶を挿入し、大きな単結晶体に成長させる、いわゆる単結晶引上げ法によって一般に製造される。近年、単結晶化技術の進歩により、単結晶シリコンの直径も6インチから8インチへさらに増大化が図ら

れているが、高度の結晶化技術を要するため、未だ製造コストが高い上に強度が低い難点がある。

【0003】 また半導体製造工程においては、複数の半導体ウェハ（シリコンウェハ）を保持し、全てのウェハに対して同時に酸化、拡散等の熱処理を行うための治具として、複数のウェハを保持する各種の形式のウェハ保持用ボードが使用されている。

【0004】 図1は横型のウェハ保持用ボードの構成例を示す斜視図である。このウェハ保持用ボード1は、円板状の半導体ウェハ2の外周縁を受けてウェハ2を直立して載置するための複数本の支持ロッド3を、対向配置された1対の支板4、4に溶着して構成される。各支持ロッド3には半導体ウェハ2の外周縁を嵌入させる保持溝5が多数刻設される。

【0005】 また図2は縦型CVD装置内に複数の半導体ウェハ2を収容し保持するための、縦型のウェハ保持用ボード1aの構成例を示す斜視図である。このウェハ保持用ボード1aは、有底筒体6を2つ割りにして形成した1対のカバー要素6a、6bを着脱自在に設け、各カバー要素6a、6bの内面軸方向にウェハ支持材7を配設して形成される。各ウェハ支持材7には、各ウェハ2の外周縁部を水平位置で保持するための多数の突起8が配設されている。各カバー要素6a、6bの縦方向にはスリット状の反応ガス導入孔9が穿設されており、有底筒体6は支柱10上に固定される。

【0006】 処理対象となる多数のウェハ2はウェハ支持材7に支持され、有底筒体6によって被われた後に、ウェハ保持用ボード1aはCVD装置の炉内に搬入される。炉内に導入された反応ガスは反応ガス導入孔9より流入出して各ウェハ2にCVD膜が生成される。

【0007】 従来上記のようなウェハ保持用ボード等の各種治具は、一般に石英ガラスで形成されたものが使用されていた。しかしながら熱処理温度が1100℃以上の高温になる場合や、熱処理時間が長くなる場合には、石英ガラスが熱で軟化し、ボード全体に形状変化を生じ、繰返して使用することが困難であった。

【0008】 この対策として、より高温強度に優れた耐熱性SiC製ボードやSi製ボードも使用されている。しかしながら耐熱性SiC製ボードの場合においては、石英と比較してSiC原料の純度が低いため、熱処理時に揮散する不純物によってウェハが汚染され易い。そのため低純度のSiCで形成したボード本体の外表面にさらにCVDによって高純度のSiC膜を形成することが必須となり、製造コストが高騰する問題点がある。またSiCは、石英と比較して加工性が悪いため、複雑形状を有するウェハ保持用ボードを製作することが困難であるとともに、破損した場合の補修再生が困難であり、また石英製ボードと比べて高価であるという欠点がある。

【0009】 一方耐熱性Si製ボードの原材料としては、気相成長法（CVD製法）や溶解多結晶鑄造法によ

10

20

30

40

50



って形成した多結晶ポリシリコン (Poly-Si) ブロックや単結晶引上げ法によって形成した単結晶シリコンが一般に使用されている。

#### 【0010】

【発明が解決しようとする課題】しかしながらポリシリコンブロックおよび単結晶シリコンは、素材形状がいずれも円柱状であり、この円柱状素材から矩形の材料を切り出し研削してウェハ保持用ボードおよびシリコンウェハを構成する材料を調製することは、素材の外周縁部は無駄に廃棄されることになり、高価な原料に対する製品

材料の歩留りが低くなり極めて不経済となる欠点がある。

【0011】加えて、ポリシリコンおよび単結晶シリコンは、いずれも結晶方位による異方性が顕著であるため、石英と比較して加工性が悪く、複雑な形状を有する製品の製作が困難であり、かつ機械的強度が低く、クラックやチッピングが生じ易く折損し易い問題点があり、最終的な加工歩留りも低い欠点がある。

【0012】ところで上記のようなポリシリコンブロックや単結晶シリコンを材料とする半導体製造装置の構成部品例としてスパッタリング装置のターゲットがある。スパッタリング法は放電により生成したArなどの不活性ガスイオンを電界で加速し、ターゲットに衝突させ、これにより放出されたターゲット構成原子を基板上に堆積させる成膜方法である。代表的な使用例として、SiO<sub>2</sub>やSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>製の半導体表面保護膜を形成するために、Si製のスパッタリングターゲットに、リアクティブガスとして、O<sub>2</sub>やN<sub>2</sub>を作用させた直流(DC)二極スパッタリング装置や高周波(RF)スパッタリング装置がある。

【0013】近年、成膜効率をより高めるために、従来汎用のSiスパッタリングターゲットより、さらに大きな寸法を有するターゲット、例えば縦寸法が125~150mm、横寸法が300~400mmに及ぶ矩形や円板状の大型のSiターゲットも要求されている。

【0014】しかしながら、単結晶シリコンやポリシリコンブロックの原材料の製造限界寸法が未だ小さいため、大型のSiスパッタリングターゲットを得るためには、従来は原材料から切り出した複数の小型切片を互いに接合して加工するという煩雑な加工操作が必要であり、さらに前述のウェハ保持用ボードを製作する場合と同様な問題点がある。加えて、切片の切り出しに要する時間、加工操作途中におけるかけの発生による製品歩留りの低下、接合部におけるスパッタリング速度の不均一等の問題点を含めて評価すると、質的およびコスト的にも未だ改善の余地が大きい現状である。

【0015】本発明は上記の問題点を解決するためになされたものであり、高密度で強度が高く、加工性が優れた硅素焼結体およびこの焼結体を用い、高い原料歩留りで安価に製造することが可能なウェハ保持用ボード、ス

パッタリングターゲットおよびシリコンウェハを提供することを目的とする。

#### 【0016】

【課題を解決するための手段と作用】本願発明者は、上記目的を達成するため、鋭意研究を重ねた。本来、硅素(Si)は共有結合性を有し、難焼結材料とされており、硅素粉末を単独で高密度に焼結するためには、例えば数万気圧という超高压の加圧操作を要するため、一般に硅素焼結体を用いて前記ウェハ保持用ボードやスパッタリングターゲットやシリコンウェハを形成することは考慮されていなかった。そのため固形Si材料としては、前記のようなポリシリコンや単結晶シリコンが使用されていた。

【0017】しかしながら本願発明者は、さらに実験研究を繰り返した結果硅素粉末原料を真空中において所定温度で加熱処理して酸素および不純物を除去した後に成形焼成することにより、高強度で加工性に優れた優れたSi焼結体を得られるという知見を得た。特に上記硅素粉末原料として、気相成長法(CVD製法)によって調整した高純度硅素粉末を使用し、この硅素粉末を同様に加熱して脱酸し、しかる後に成形焼成することにより、酸素含有量が少なく高密度の硅素焼結体を得られるという知見も得た。本発明は上記知見に基づいて完成されたものである。

【0018】すなわち本発明に係る硅素焼結体は、減圧下で1200℃以上硅素の融点未満の温度範囲で加熱した硅素粉末を圧縮成形し焼成して形成した硅素焼結体であり、焼結体の結晶粒径を100μm以下に設定したことを特徴とする。

【0019】またCVD製法によって調製した硅素粉末を減圧下で1200℃以上硅素の融点未満の温度範囲で加熱して酸素および不純物を除去した原料硅素粉末を圧縮成形し焼成した硅素焼結体であり、密度が99%以上であり、酸素含有量が300ppm以下に設定してもよい。

【0020】また本発明に係るウェハ保持用ボード、スパッタリングターゲットおよびシリコンウェハは上記硅素焼結体から形成することを特徴とする。

【0021】使用される硅素粉末は粗大なポリシリコンや単結晶シリコンから所要の材料を切り出した残りの廃材や端材を、通常のボールミル、振動ミル、ジェットミル等で粉砕して調製することができる。

【0022】特にCVD製法に基づきシラン(SiH<sub>4</sub>)の熱分解反応(SiH<sub>4</sub>→Si+2H<sub>2</sub>)によって形成された粒状のSi粉末を分級して粒径30μm以下の微細Si粉末を得て、この微細Si粉末を成形焼成することにより、任意のサイズのボード、スパッタリングターゲットおよびシリコンウェハを調製することができる。粒径を30μm以下とすることにより、得られる焼結体の結晶粒径を小さくし、密度の向上を図ることが

でき、さらに機械的強度の向上や加工時のチッピング等の問題を起こさず加工性の向上を図ることができる。

【0023】ところで上記微細Si粉末は、単結晶引上げ法において使用する粒径2～3mmの種結晶粒をCVD製法によって生産する際に副製物として多量に産出される。このCVD製法によって副製された安価で高純度の微細Si粉末を利用して上記ウェハ保持ボード、ターゲット、シリコンウェハを製造することにより、Si原料粉末の利用率を大幅に高めることができる。特に上記Si粉末を加熱脱酸後、成形焼成して得たシリコンウェハは高密度で酸素等の不純物も低減されており、ほぼ単結晶シリコン製の正規のウェハに準じる特性を有している。したがって正規の半導体回路基板として使用できない場合においても、評価用回路基板の製造時に使用されるダミーウェハとして好適である。

【0024】加熱操作は真空に近い減圧条件下で1200℃から硅素の融点未満の温度範囲で1～5時間行うとよい。加熱温度が1200℃未満の場合には硅素粉末原料表面に存在する酸素や不純物元素を揮散させて低減することが困難になる。その結果、焼結時に残存している酸素がバリアとして働き焼結を阻害し、その結果、焼結体の密度が低下してしまう。一方加熱温度の上限は硅素の融点(1420℃)によって制限される。

【0025】また加熱処理時の雰囲気の真空度は、不純物や酸素の揮散を促進するために可及的に低い方が有利であるが、実用上 $10^{-4}$ ～ $10^{-5}$  Torrの範囲に設定すれば充分である。上記加熱処理によって、焼結体特性を低下させる各種不純物が除去され、また焼結性を阻害する酸素量が300ppm以下となり、焼結体の密度は99%以上になる。

【0026】また焼結体の結晶粒径は、硅素粉末の粒径に対応するものであり、形成した焼結体の加工性に大きな影響を及ぼすものである。本願発明の硅素焼結体の結晶粒径は100μm以下に設定される。結晶粒径が100μmを超える場合には、結晶方位の異方性が顕著になり、焼結体の加工性が低下してしまうからである。特に上記硅素焼結体にてシリコンウェハを形成する場合には、結晶粒径は30μm以下に設定するとよい。

【0027】さらに圧縮成形時の加圧力は150～500kg/cm<sup>2</sup>、焼成時の温度時間は、加熱操作条件と同様に、それぞれ1200～1400℃、1～5時間程度でよい。なお上記加熱操作、圧縮成形操作および焼成操作を、通常のホットプレス装置を使用して、原料硅素粉末を装置系外に取り出すことなく連続的に実施することによって、より高品質の硅素焼結体を効率的に製造することができる。

【0028】また本発明に係るウェハ保持用ボードは、その各構成要素を上記硅素焼結体にて最終形状に近い形状(Near Net Shape)に形成し、機械仕上げした後に、それらの構成要素を組立て、相互に溶着して形成され

る。

【0029】特にウェハ保持用ボードの構成材として、上記硅素焼結体を使用する場合には、加熱処理時に硅素焼結体から揮散するFe, Ni, Cr, Co, Mn, Al, Cu, Na, K, U, Thなどの不純物がウェハに付着して汚染(コンタミネーション)することを防止するために、硅素焼結体中に含有される上記不純物の総含有量は10ppm以下、望ましくは5ppm以下に設定するとよい。

10 【0030】またシリコンウェハの構成材として、上記硅素焼結体を使用する場合には、集積回路に与える影響を回避するため、硅素焼結体に含有されるFe, Ni, Cr, Co, Mn, Al, Cu, Zn, Mg, Ca, NaおよびKの各元素の含有量は0.5ppm以下、好ましくは0.1ppm以下、さらに好ましくは0.05ppm以下に設定するとよい。またウラン(U)およびトリウム(Th)からの放射線によって集積回路に誤動作を生じる、いわゆるソフトエラー現象を防止するため、硅素焼結体に含有されるUおよびThの各元素の含有量は0.0005ppm以下に設定するとよい。

20 【0031】さらに本発明に係るSiスパッタリングターゲットおよびシリコンウェハは、上記硅素焼結体から形成することにより、従来のような切り出し加工や切断加工、接合加工等を必要とせず、直接大型のターゲットおよびシリコンウェハを製造することができる。ターゲットまたはシリコンウェハを構成する硅素焼結体は各結晶粒が小さく、かつ結晶方位がランダムであるため、従来のような方位異方性が発現することが少ない。そのため機械加工時にクラックやチッピングの発生もほとんどなく、加工工程における歩留りも大幅に改善することができる。

30 【0032】また本発明において使用する硅素粉末としては、LSI用のSiウェハの不良品やウェハ製作途上で発生するSi端材を粉砕したもの、および単結晶シリコン引上げ時に使用する種結晶粒をCVD製法により製造する際に多量に副製される高純度のSi粉末を再利用することが可能であり、硅素原料の材料歩留りを大幅に向上させることができ、資源の有効活用にもつながる。

【0033】

40 【実施例】次に本発明の一実施例について、より具体的に説明する。

【0034】実施例1

LSI形成用Siウェハを切り出した高純度ポリシリコンブロックの端材を、高純度Siを内張りしたポットミル中に装填してミルを回転させ、ポリシリコンブロックの端材同士の衝突、または端材と内張りしたSiとの衝突等によって、端材を粉砕し、平均粒径が5μmである高純度硅素粉末を調製した。

50 【0035】次に離型剤を塗布した黒鉛製成形型を有するホットプレス装置の成形型に上記調製した硅素粉末を



7  
充填するとともに、雰囲気の真空度を $10^{-4}$  Torrに調整した後に、温度 $1320^{\circ}\text{C}$ で4時間加熱処理を実施し附着酸素および不純物を揮散させた後に、加圧力 $250\text{kg}/\text{cm}^2$ を作用させると同時に、温度 $1320^{\circ}\text{C}$ で4時間硅素粉末を焼成し、実施例1の硅素焼結体を多数形成した。

【0036】比較例1

一方、比較例1として、実施例1において、粉碎して調製した硅素粉末を使用し、加熱処理を実施しない点を除き、実施例1と同一条件で硅素粉末を圧縮成形すると同時に焼成して、実施例1と同一寸法の硅素焼結体を多数調製した。

【0037】比較例2

一方比較例2として実施例1において粉碎して調製した硅素粉末を使用し、ホットプレス装置内に通常圧のArガスを封入した点を除き、実施例1と同一条件で硅素粉末を加熱処理し、圧縮成形すると同時に焼成して実施例1と同一寸法の硅素焼結体を多数調製した。

【0038】こうして得られた実施例1および比較例1～2の各硅素焼結体の相対密度を測定するとともに、元素分析試験を行い、不純物として含有されるFe, Ni, Cr, Co, Mn, Al, Cu, Na, K, U, Thの総含有量を測定し、下記表1に示す結果を得た。

【0039】

【表1】

試料	相対密度 (%)	不純物の総含有量 (ppm)
実施例1	75	7.6
比較例1	62	22.0
比較例2	60	25.0

【0040】表1に示す結果から明らかなように、実施例1の硅素焼結体によれば加熱処理によって、酸素や不純物が効果的に低減されているため、焼結性が優れており、相対密度も高くなり高強度の焼結体を得られることが判明する。一方、加熱処理を実施しない場合（比較例

\*1）および雰囲気を減圧しない場合（比較例2）においては、いずれも酸素や不純物の揮散が充分ではないため、低強度の焼結体しか得られていない。

【0041】実施例2

実施例2として図1に示すウェハ保持用ボード1の各構成部品を、実施例1に示した製法を使用して最終形状に近い形状の硅素焼結体として調製し、さらにウェハ保持用の保持溝5等を切断または研削加工によって形成した後に組立てることにより、最終的に図1に示すような、ウェハ保持用ボード1を多数製作した。

【0042】比較例3

一方、比較例3として、円柱状の単結晶シリコンから各構成部品を切り出し、研削研磨加工を施した後に、各構成部品を組立て、最終的に実施例2と同一寸法を有するウェハ保持用ボードを多数製作した。

【0043】比較例4

一方、比較例4として、気相成長法によってブロック状に形成したポリシリコンから、比較例3と同様に各構成部品を切り出して、実施例2と同一寸法のウェハ保持用ボードを多数製作した。

【0044】こうして製作した実施例2、比較例3～4の各ウェハ保持用ボードについて、切断研削加工工程におけるチップングやコーナー部の損傷や欠けの発生数を集計して、最終的に欠陥がないボード数の割合を製品歩留りとして算出するとともに、製造工程に投入した全素材Si重量に対する製品重量の割合を材料歩留りとして算出した。

【0045】また実施例2については、硅素粉末の調製から加熱処理、圧縮成形、焼成操作を経てウェハ保持用ボードとして組立てが完了するまでに要する作業工数を集計する一方、比較例3～4については、それぞれ単結晶シリコン、ポリシリコンから各構成部材を切り出し、最終的にウェハ保持用ボードとして組立が完了するまでに要する作業工数を集計して、ボードの製造工数を比較した。なお製造工数は実施例2の場合を基準（100）として相対値で示した。

【0046】以上の測定評価結果を下記表2に示す。

【0047】

【表2】

試料	製品歩留り [%]	材料歩留り [%]	製造工数 [—]
実施例2	98	99	100
比較例3	80	70	350
比較例4	75	68	380

【0048】表2に示す結果から明らかなように、実施例2によれば、硅素焼結体に結晶方位の異方性が少ないため加工性が極めて優れており、切断研削加工を実施してもチップングや角部の欠けなどが少なく、高い歩留りで高品質のボードを形成することができる。特に廃材を粉化して焼結体原料としているため、材料歩留りが極めて高く経済的である。

【0049】一方比較例3～4においては、原料素材からの切り出し作業に多大な作業工数を要し、切り出し後に端材が多量に発生するため製造コストが高くなった。

#### 【0050】実施例3および比較例5

次に実施例2および比較例3と同一の条件で縦150mm、横400mm、厚さ5mmの寸法を有する実施例3および比較例5の大型Siスパッタリングターゲットを製造し、各場合における製造工数および材料歩留りを比較したところ、実施例2のSiスパッタリングターゲットの製造工数は比較例3の1/3程度に低減される一方、材料歩留りは30%程度改善され、ターゲットの製造コストを大幅に低減できることが実証された。

【0051】なお、単結晶シリコンから切り出して形成された高純度のSiスパッタリングターゲットは電気抵抗値が小さいため、高周波(RF)スパッタリング装置で使しないとスパッタリングが困難とされており、加えて、高周波スパッタリング装置自体の設備費が高額であり、スパッタレートも遅いという欠点がある。

【0052】しかしながら本実施例のように焼結法によって形成されるスパッタリングターゲットにおいては、焼結体中にPやBなどをドーピングさせ、抵抗値を高めることも容易である。そのため直流電圧によっても容易にスパッタリングが可能となり、高周波(RF)スパッタリング装置と比べて設備費が安く、スパッタレートが格段に高い直流(DC)二極スパッタリング装置や直流マグネトロンスパッタリング装置に、本実施例の硅素焼結体製スパッタリングターゲットを適用することも可能になる。その結果、成膜操作を主体とする半導体製品の生産性を飛躍的に向上させることが可能となる。

#### 【0053】実施例4

SiH<sub>4</sub>を原料ガスとしてCVD法によりSi粉末を製造した後、分級して30μm以下の硅素粉末を得た。次に離型剤を塗布した黒鉛製成形型を有するホットプレス装置の成形型に上記調製した硅素粉末を充填するとともに、雰囲気気（Ar）の真空度を10<sup>-4</sup>Torrに調整した後に、温度1320℃で4時間加熱処理を実施した後に、加圧力250kg/cm<sup>2</sup>を作用させると同時に、温度1320℃で4時間硅素粉末を焼成し、実施例4の硅素焼結体を多数形成した。

#### 【0054】比較例6

一方、比較例6として、実施例4において、CVD法にて調製した硅素粉末を使用し、加熱処理を実施しない点を除き、実施例4と同一条件で硅素粉末を圧縮成形する

と同時に焼成して、実施例4と同一寸法の硅素焼結体を多数調製した。

#### 【0055】比較例7

一方比較例7として実施例4においてCVD法にて調製した硅素粉末を使用し、ホットプレス装置内に通常圧のArガスを封入した点を除き、実施例4と同一条件で硅素粉末を加熱処理し、圧縮成形すると同時に焼成して実施例4と同一寸法の硅素焼結体を多数調製した。

【0056】こうして得られた実施例4および比較例6～7の各硅素焼結体の相対密度を測定するとともに、元素分析試験を行い、不純物として含有されるFe, Ni, Cr, Co, Mn, Al, Cu, Na, K, U, Thの総含有量を測定し、下記表1に示す結果を得た。

#### 【0057】

【表3】

試料	相対密度 (%)	不純物の総含有量 (ppm)
実施例4	99.5	3.2
比較例6	72	18
比較例7	70	20

【0058】表3に示す結果から明らかなように、実施例4の硅素焼結体によれば加熱処理によって、酸素や不純物が効果的に低減されているため、焼結性が優れており、相対密度も高くなり高強度の焼結体を得られることが判明する。一方、加熱処理を実施しない場合（比較例6）および雰囲気気を減圧しない場合（比較例7）においては、いずれも酸素や不純物の揮散が充分ではないため、低強度の焼結体しか得られていない。

#### 【0059】実施例5

実施例5として、実施例4に示した製法を使用して円柱状の硅素焼結体として調製し、得られた硅素焼結体を切断または研削加工した後に、さらにポリッシング加工して8インチ用のシリコンウェハを多数製作した。

#### 【0060】比較例8

一方、比較例8として、円柱状の単結晶シリコンから各構成部品を切り出し、研削研磨加工を施して最終的に実施例5と同一寸法を有するシリコンウェハを多数製作した。

#### 【0061】比較例9

一方、比較例9として、気相成長法によってブロック状に形成したポリシリコンから、比較例8と同様に各構成部品を切り出して、実施例5と同一寸法のシリコンウェハを多数製作した。

【0062】こうして製作した実施例5、比較例8～9の各シリコンウェハについて、切断研削加工工程におけ

るチップングやコーナ一部の損傷や欠けの発生数を集計して、最終的に欠陥がないウェハの割合を製品歩留りとして算出するとともに、製造工程に投入した全素材Si重量に対する製品重量の割合を材料歩留りとして算出した。

【0063】また実施例5については、硅素粉末の調製から加熱処理、圧縮成形、焼成操作を経てシリコンウェハが完成するまでに要する作業工数を集計する一方、比較例8～9については、それぞれ単結晶シリコン、ポリ\*

\*シリコンから各構成部材を切り出し、最終的にシリコンウェハとして組立が完了するまでに要する作業工数を集計して、ウェハの製造工数を比較した。なお製造工数は実施例5の場合を基準（100）として相対値で示した。

【0064】以上の測定評価結果を下記表4に示す。

【0065】

【表4】

試料	製品歩留り [%]	材料歩留り [%]	製造工数 [-]
実施例5	95	96	100
比較例8	78	68	330
比較例9	73	65	370

【0066】表4に示す結果から明らかなように、実施例5によれば、硅素焼結体に結晶方位の異方性が少ないため加工性が極めて優れており、切断研削および研磨加工を実施してもチップングや角部の欠けなどが少なく、高い歩留りで高品質のシリコンウェハを形成することができる。特に廃材をそのまま焼結体原料としているため、材料歩留りが極めて高く経済的である。

【0067】一方比較例8～9においては、原料素材からの切り出し作業に多大な作業工数を要し、切り出し後に端材が多量に発生するため製造コストが高くなる。

【0068】以上の実施例においては、硅素焼結体を、ウェハ保持用ボード、Siスパッタリングターゲットおよびシリコンウェハに適用した例で示しているが、その用途対象は上記実施例に限定されず、例えば各種セラミックス成形体の焼成用容器、機械構造用部品の材料として使用することも可能である。

【0069】

【発明の効果】以上説明の通り、本発明に係る硅素焼結体によれば、加熱処理により焼結を阻害する酸素や、汚染を引起す不純物を低減しているため高強度の焼結体を得ることができる。また結晶粒が小さく、かつ結晶方位がランダムであるため、異方性の発現が少なく、加工性が極めて優れる。

【0070】従ってこの硅素焼結体でウェハ保持用ボードやスパッタリングターゲットやシリコンウェハを形成した場合には、機械加工時にクラックやチップングを生じることがなく、加工歩留りを大幅に向上させることができる。また硅素焼結体は、使用製品の最終形状に近い形状に形成することができるため、材料歩留りも大幅に改善することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】横型のウェハ保持用ボードの構成例を示す斜視図。

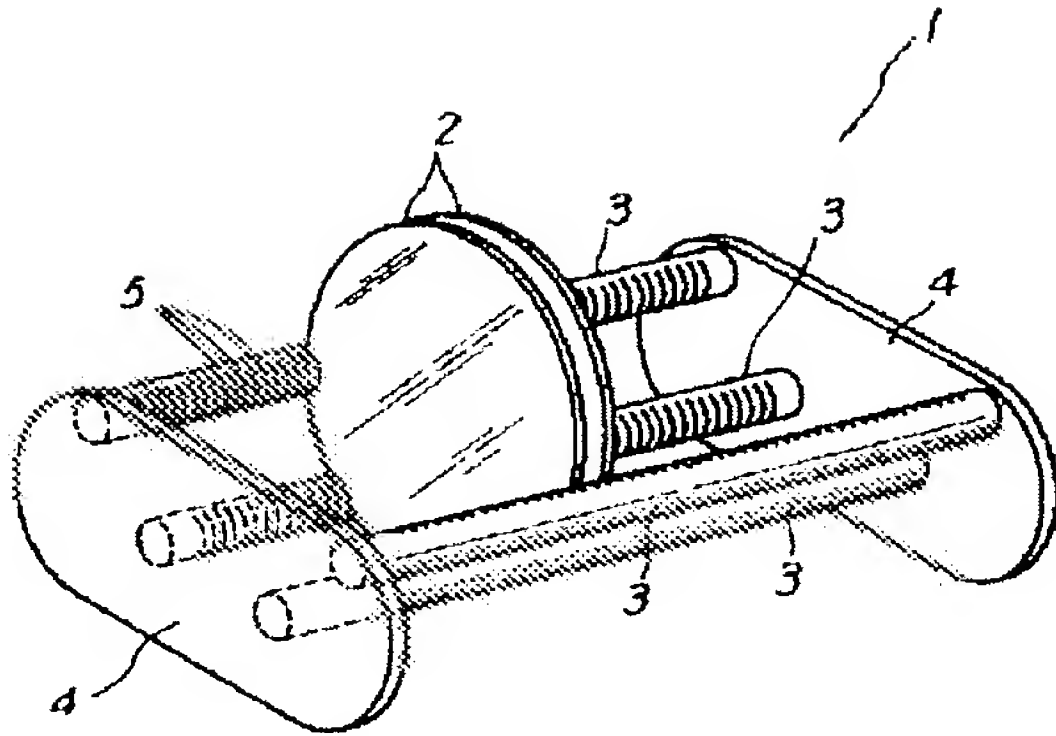
【図2】縦型のウェハ保持用ボードの構成例を示す斜視図。

【符号の説明】

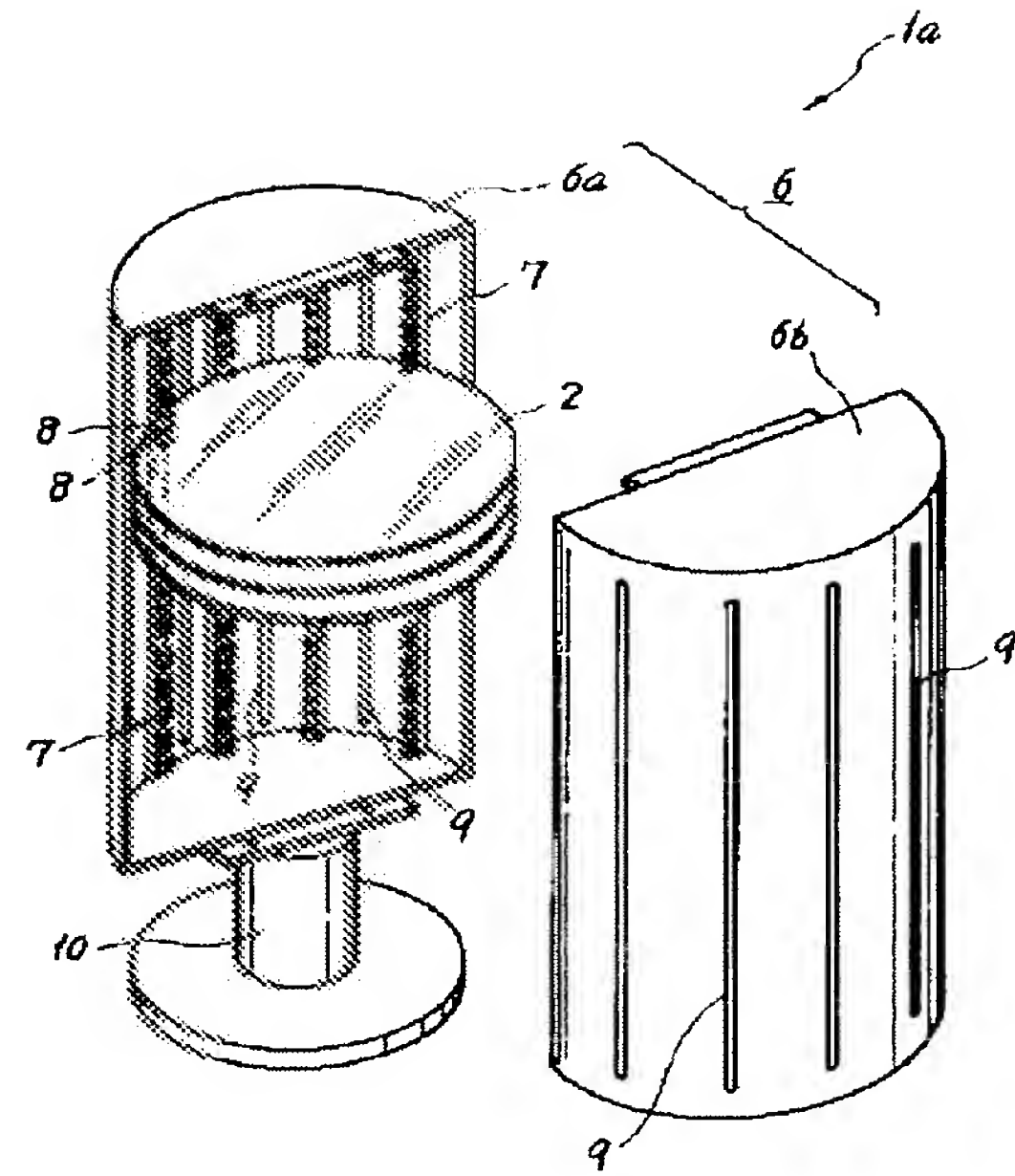
- 1, 1a ウェハ保持用ボード
- 2 半導体ウェハ（シリコンウェハ）
- 3 支持ロッド
- 4 支板
- 5 保持溝
- 6 有底筒体
- 7 ウェハ支持材
- 8 突起
- 9 反応ガス導入孔
- 10 支柱



【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 工藤 功  
神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株  
式会社東芝横浜事業所内

(72)発明者 深沢 美治  
神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株  
式会社東芝横浜事業所内